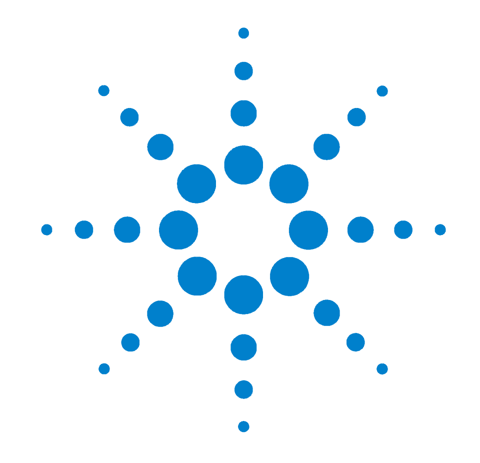


Analyseurs de biogaz Micro GC 490 Agilent

Manuel d'utilisation



Notices

© Agilent Technologies, Inc. 2012

Conformément aux lois internationales relatives à la propriété intellectuelle, toute reproduction, tout stockage électronique et toute traduction de ce manuel, totaux ou partiels, sous quelque forme et par quelque moyen que ce soit, sont interdits sauf consentement écrit préalable de la société Agilent Technologies, Inc.

Référence du manuel

G3582-93000

Edition

Deuxième édition, février 2012

Imprimé aux Etats-Unis

Agilent Technologies, Inc.
2850 Centerville Road
Wilmington, DE 19808-1610 Etats-Unis

Garantie

Les informations contenues dans ce document sont fournies en l'état et pourront faire l'objet de modifications sans préavis dans les éditions ultérieures. Dans les limites de la législation en vigueur, Agilent exclut en outre toute garantie, expresse ou implicite, concernant ce manuel et les informations qu'il contient, y compris, mais non exclusivement, les garanties de qualité marchande et d'adéquation à un usage particulier. Agilent ne saurait en aucun cas être tenu pour responsable des erreurs ou des dommages incidents ou consécutifs, liés à la fourniture, à l'utilisation ou à l'exploitation de ce document ou des informations qui y sont présentées. Si Agilent et l'utilisateur ont passé un contrat écrit distinct, stipulant, pour le produit couvert par ce document, des conditions de garantie qui entrent en conflit avec les présentes conditions, les conditions de garantie du contrat distinct remplacent les conditions énoncées dans le présent document.

Licences technologiques

Le matériel et le logiciel décrits dans ce document sont protégés par un accord de licence et leur utilisation ou reproduction sont soumises aux termes et conditions de ladite licence.

Limitation des droits

Si le logiciel est utilisé par un représentant direct ou indirect du gouvernement des Etats-Unis d'Amérique, le logiciel est livré et commercialisé en tant que « logiciel informatique commercial » selon les directives DFAR 252.227-7014 (juin 1995), ou bien en tant que « article commercial » selon la directive FAR 2.101(a) ou « logiciel informatique limité » selon la directive FAR 52.227-19 (juin 1987) ou toute règle ou clause de contrat équivalents. L'utilisation, la duplication ou la divulgation du logiciel sont régies par les termes habituels de la licence commerciale de Agilent Technologies. Les ministères et les agences gouvernementales des Etats-Unis d'Amérique (à l'exception du ministère de la Défense) bénéficieront des droits limités définis par la directive FAR 52.227-19 (c)(1-2) (juin 1987). Le gouvernement des Etats-Unis d'Amérique recevra des droits limités définis par la directive FAR 52.227-14 (juin 1987) ou DFAR 252.227-7015 (b)(2) (novembre 1995) applicable à toutes les informations techniques.

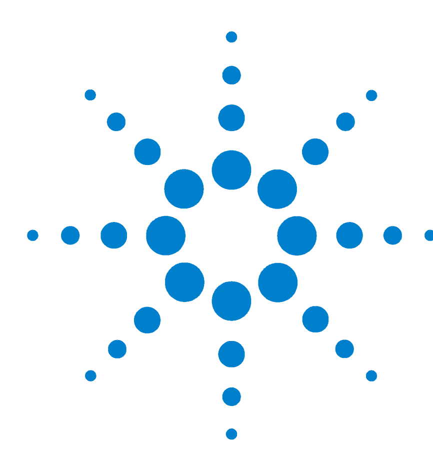
Avis de sécurité

ATTENTION

La mention **ATTENTION** signale un danger pour le matériel. Si la manœuvre ou la procédure décrite n'est pas exécutée correctement, il peut y avoir un risque d'endommagement de l'appareil ou de perte de données importantes. En présence de la mention **ATTENTION**, vérifier que les conditions indiquées ont été parfaitement comprises et satisfaites avant de poursuivre.

AVERTISSEMENT

La mention AVERTISSEMENT signale un danger pour la sécurité de l'opérateur. Si la manœuvre ou la procédure décrite n'est pas exécutée correctement, il peut y avoir un risque grave, voire mortel pour les personnes. En présence d'une mention AVERTISSEMENT, vérifier que les conditions indiquées ont été parfaitement comprises et satisfaites avant de poursuivre.



Analyseurs de biogaz Agilent

Les biogaz sont des biocombustibles issus de la dégradation biologique de matières organiques en milieu anaérobie. Le processus de fermentation ou de digestion anaérobie de matières biodégradables (fumier, eaux usées, déchets ménagers, déchets verts, matériel végétal ou résidus de récoltes) produit des biogaz qui se composent de méthane, de monoxyde de carbone, d'hydrogène, de dioxyde de carbone, d'azote, de sulfure d'hydrogène et d'oxygène. L'énergie produite par la combustion ou l'oxydation de méthane, d'hydrogène et de monoxyde de carbone en présence d'oxygène peut être utilisée comme carburant.

L'analyseur de biogaz Micro GC 490 Agilent est un micro-CPG préréglé en usine et destiné à l'analyse des biogaz.

Agilent propose deux types d'analyseurs de biogaz : l'analyseur de biogaz Micro GC 490 Agilent et l'analyseur de biogaz Micro GC 490 Agilent étendu. La configuration choisie dépend du type d'échantillon de biogaz analysé.

Analyseur de biogaz

L'analyseur de biogaz Micro GC 490 Agilent permet d'analyser des biogaz purs, notamment les gaz permanents, le sulfure d'hydrogène et les hydrocarbures jusqu'au n-propane. Doté de deux armoires, cet analyseur est équipé d'une colonne CP-Molsieve 5A et d'une colonne CP-PoraPLOT U avec possibilité de deux gaz vecteurs.

Analyseur de biogaz étendu

L'analyseur de biogaz Micro GC 490 Agilent étendu (première édition, décembre 2011) permet d'analyser les biogaz mélangés à d'autres types d'hydrocarbures. Les gaz analysés sont les gaz permanents, le sulfure d'hydrogène et les hydrocarbures jusqu'au n-heptane. Cet analyseur comprend quatre armoires et trois colonnes, CP-Molsieve 5A, CP-PoraPLOT U et CP-Sil 5 CB, avec possibilité de deux gaz vecteurs.

Avant de démarrer l'analyseur, il est recommandé de vérifier que chaque colonne est raccordée au gaz vecteur adapté : argon pour la colonne CP-Molsieve et hélium pour toutes les autres. Pour tous les gaz vecteurs, la pression doit être de 550 kPa (80 psi). Des informations détaillées sur les micro-CPG Agilent sont fournies dans le manuel d'utilisation de l'Agilent 490 Micro GC.

Tests de vérification

L'analyseur de biogaz est préréglé en usine avec les paramètres adéquats de rétrobalayage des colonnes CP-Molsieve 5A et CP-PoraPLOT U. La vérification finale des analyseurs de biogaz Micro GC 490 Agilent est réalisée à l'aide d'un mélange d'étalonnage universel contenant de l'hélium, du néon, de l'hydrogène, de l'oxygène, de l'azote, du méthane, de l'éthane, de l'éthylène, du dioxyde de carbone, du monoxyde de carbone, de l'acétylène, du n-propane, du méthylacétylène et du n-butane. Tous les composants de ce mélange ne sont pas analysables sur l'appareil. Le mélange d'étalonnage sert de référence pour vérifier le bon fonctionnement de l'analyseur. Se reporter à l'Annexe 1 pour plus d'informations sur le mélange d'étalonnage universel.

Lors de l'installation, le technicien Agilent doit utiliser le mélange d'étalonnage universel livré avec l'analyseur. La méthode de réglage en usine, le chromatogramme final (Rapport de test) et le présent manuel d'utilisation de l'analyseur de biogaz sont fournis sur le CD qui accompagne l'analyseur.

Le mélange d'étalonnage universel permet de réaliser des tests de vérification sur l'analyseur de biogaz. Si l'on utilise Openlab CDS EZChrom Edition, charger la méthode qui figure sur le CD de l'analyseur, sinon, créer une méthode en appliquant les paramètres indiqués dans le fichier de méthode au format PDF fourni sur ce même CD. Pour démarrer rapidement, voir l'Annexe 2. Raccorder le mélange d'étalonnage et l'injecter.

Le mélange d'étalonnage universel ne contient ni sulfure d'hydrogène, ni néopentane, ni n-pentane, ni i-pentane. Pour ces composants, des chromatogrammes de référence sont présentés dans ce manuel.

Colonne CP-Molsieve

La colonne CP-Molsieve 5A de l'analyseur de biogaz analyse les gaz permanents (hélium, néon, hydrogène, oxygène, azote, méthane et monoxyde de carbone).

La Figure 1 représente le chromatogramme obtenu avec du mélange d'étalonnage universel analysé sur la colonne CP-Molsieve 5A.

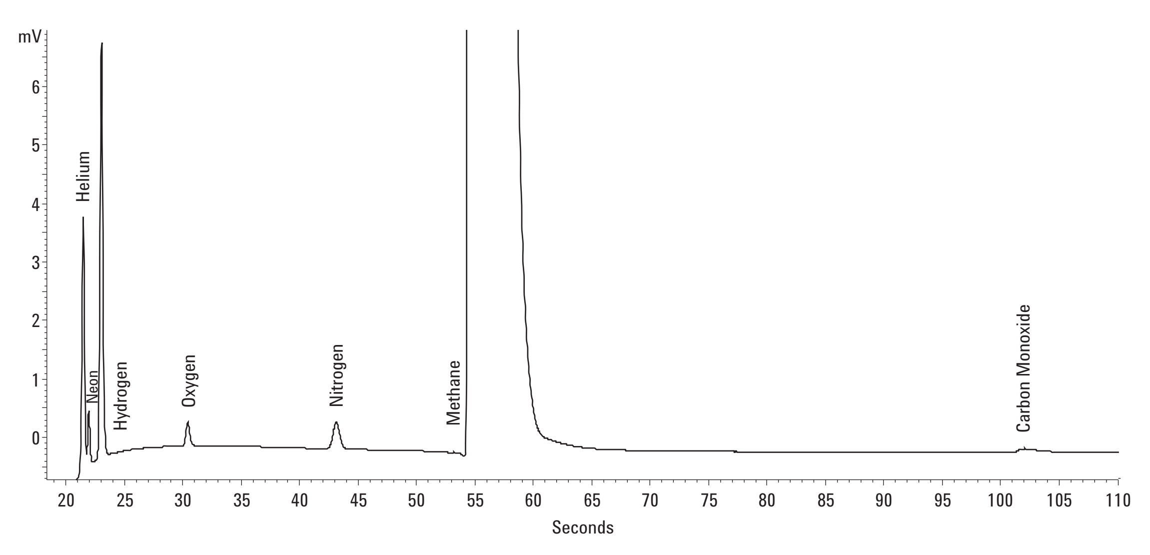


Figure 1 Mélange d'étalonnage universel analysé sur la colonne CP-Molsieve

Colonne CP-PoraPLOT U

La colonne CP-PoraPLOT U de l'analyseur de biogaz permet d'analyser le dioxyde de carbone, l'éthane, le sulfure d'hydrogène et le n-propane. Cette colonne et l'injecteur d'échantillon sont rendus inertes par le revêtement UltiMetal, ce qui permet d'améliorer les performances de l'analyse du sulfure d'hydrogène.

Le chromatogramme obtenu avec le mélange d'étalonnage universel sur la colonne CP-PoraPLOT U est présenté à la Figure 2.

Si l'échantillon contient du sulfure d'hydrogène, le chromatogramme obtenu est semblable à celui de la Figure 3..

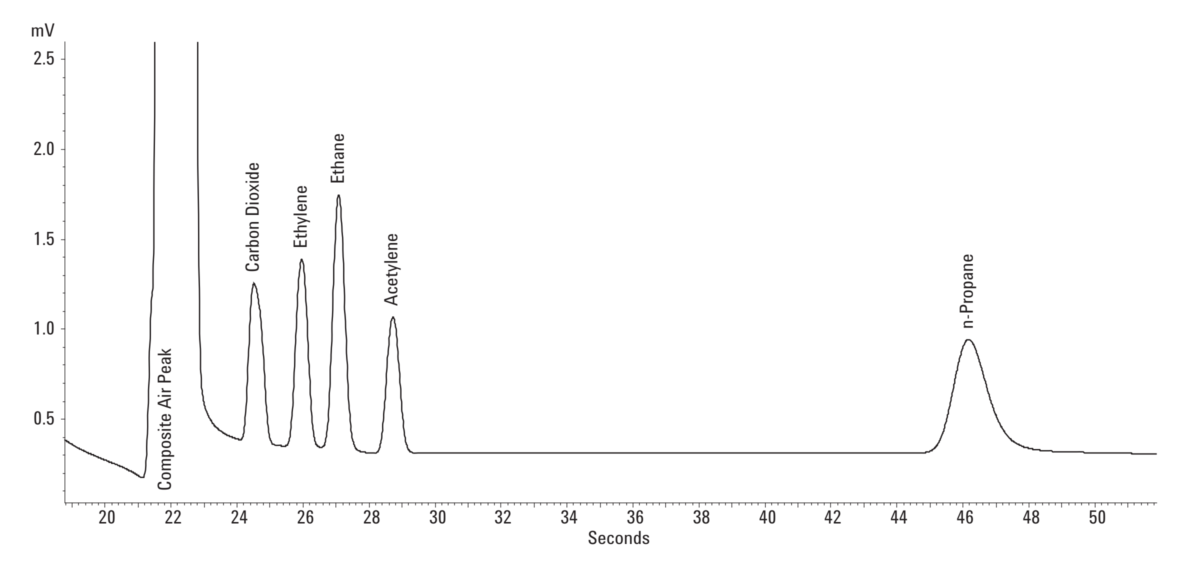


Figure 2 Mélange d'étalonnage universel analysé sur la colonne CP-PoraPLOT U

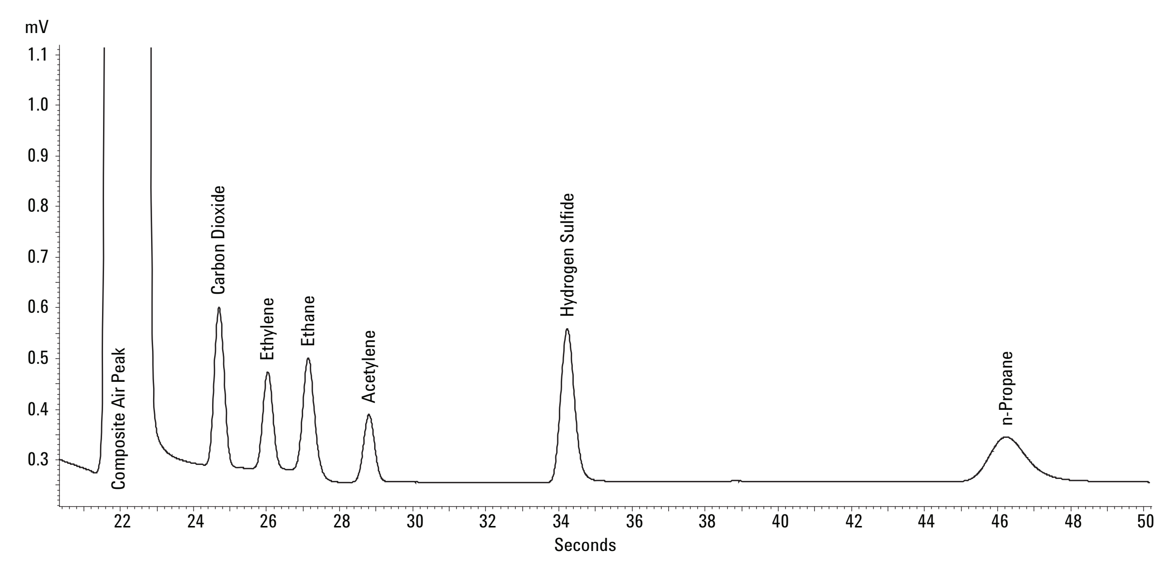


Figure 3 Mélange contenant du sulfure d'hydrogène analysé sur la colonne CP-PoraPLOT U

Colonne CP Sil 5 CB

La colonne CP-Sil 5 CB de l'analyseur de biogaz étendu permet d'analyser les hydrocarbures, jusqu'au n-heptane. Les hydrocarbures compatibles avec cet analyseur sont l'i-butane, le n-butane, le néopentane, le n-pentane, l'isopentane, le n-hexane et le n-heptane. Ces hydrocarbures ne sont pas tous présents dans le mélange d'étalonnage universel. Pour les composants manquants, un chromatogramme de référence est fourni dans ce manuel.

L'analyse du mélange d'étalonnage universel avec la colonne CP-Sil 5 CB donne le chromatogramme présenté à la Figure 4.

Si l'on utilise un mélange d'hydrocarbures jusqu'au n-hexane, le chromatogramme obtenu ressemble à celui de la Figure 5.

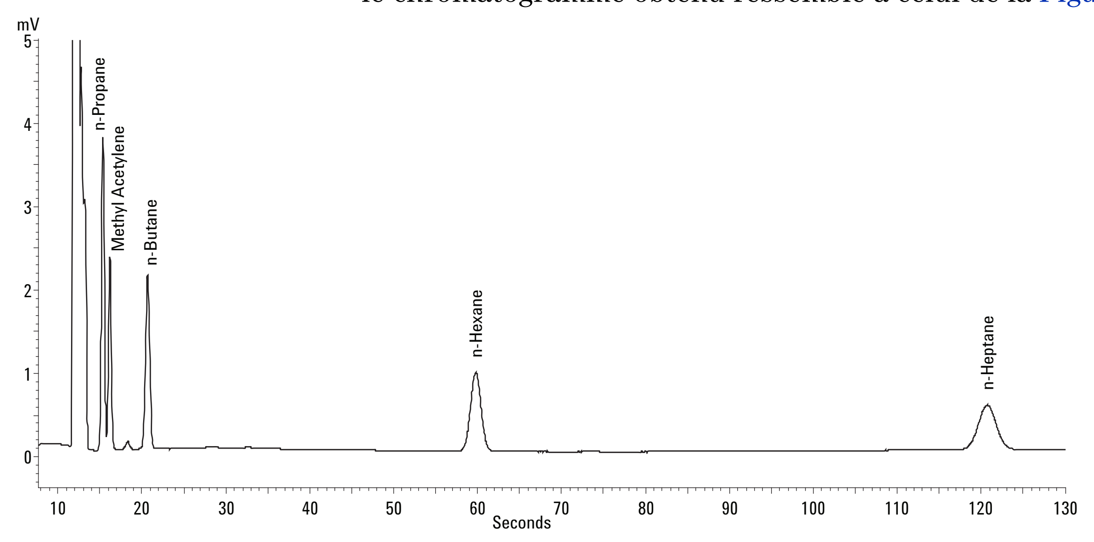


Figure 4 Mélange d'étalonnage analysé sur la colonne CP-Sil 5 CB

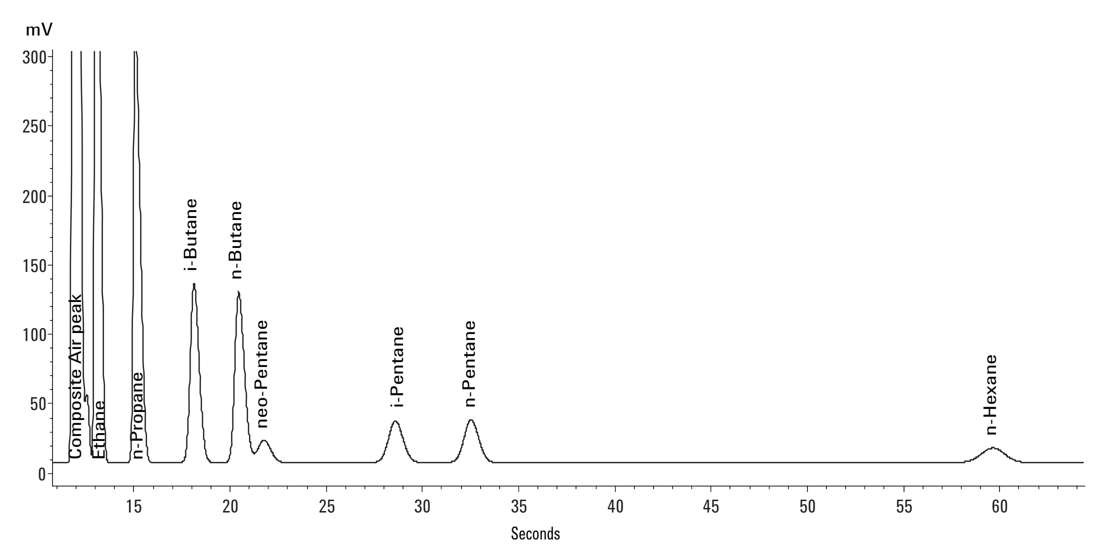


Figure 5 Mélange d'hydrocarbures jusqu'au n-hexane analysé sur la colonne CP-Sil 5 CB

Réglage du temps de rétrobalayage

Les temps de rétrobalayage des colonnes CP-Molsieve 5A et CP-PoraPLOT U doivent être réglés. Il est recommandé d'utiliser du mélange d'étalonnage universel pour effectuer ce réglage.

Le réglage de la colonne CP-Molsieve 5A doit permettre de faire passer la totalité du méthane dans la colonne pendant que les autres composants (humidité, dioxyde de carbone, éthane et hydrocarbures supérieurs) sont rétrobalayés. La colonne CP-PoraPLOT U est réglée sur le pic de n-propane alors que tous les autres hydrocarbures dont l'élution est plus tardive sont rétrobalayés.

1 Définir le temps de rétrobalayage sur 0 seconde et analyser le mélange d'étalonnage. Cette opération a pour but d'identifier les composants du mélange d'étalonnage.

2 Modifier le temps de rétrobalayage. Commencer par la régler sur 10 secondes et effectuer un passage. On observe que :

   - Lorsque le rétrobalayage est trop précoce, le pic visé est partiellement ou totalement rétrobalayé.
   - S'il est trop tardif, les composants non désirés ne sont pas rétrobalayés.

3 Reprendre le réglage jusqu'à ce que le pic visé se distingue nettement. Ensuite, affiner plus précisément le réglage (par incréments de 0,1 seconde) jusqu'à ce le temps de rétrobalayage idéal soit trouvé.

La Figure 6 donne un exemple de réglage du temps du rétrobalayage pour la colonne CP-Molsieve 5A.

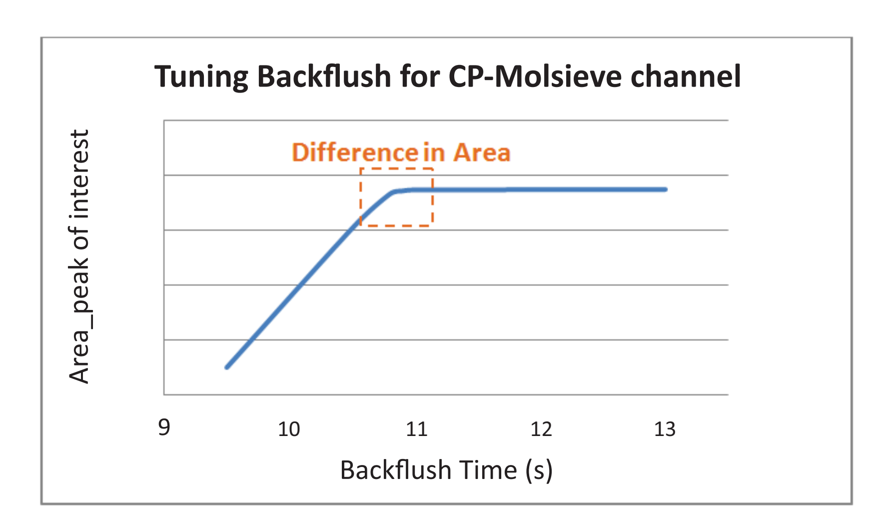
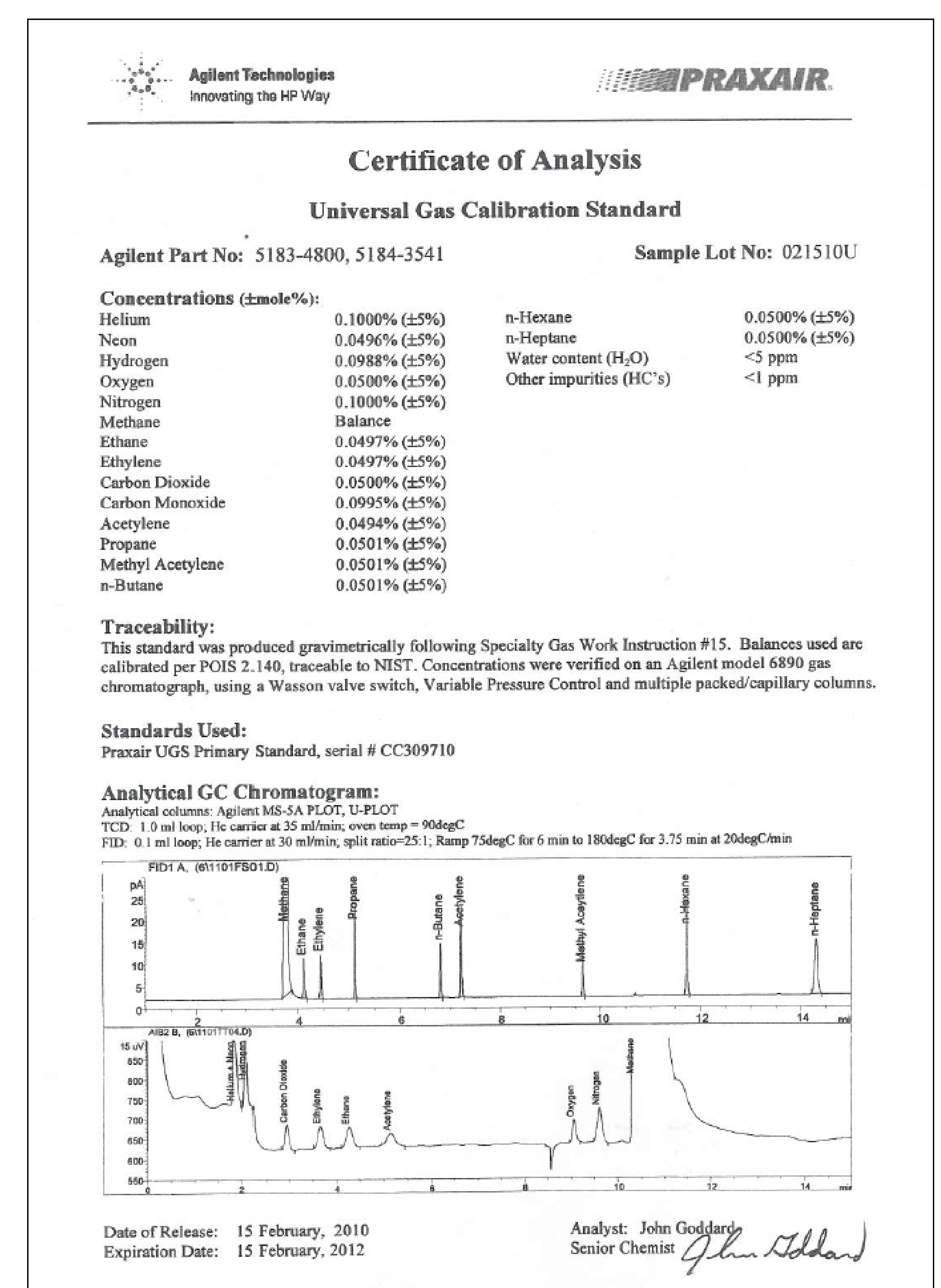


Figure 6 Effet du réglage du rétrobalayage sur le pic visé

Annexe 1 : Certificat du mélange d'étalonnage universel

Référence : 5184-3541 Référence kit : 5184-3546



Agilent Technologies
Innovating the HP Way

PRAXAIR

Certificate of Analysis

Universal Gas Calibration Standard

Agilent Part No: 5183-4800, 5184-3541 **Sample Lot No:** 021510U

Concentrations (±mole%):

Helium	0.1000% (±5%)	n-Hexane	0.0500% (±5%)
Neon	0.0496% (±5%)	n-Heptane	0.0500% (±5%)
Hydrogen	0.0988% (±5%)	Water content (H_2O)	<5 ppm
Oxygen	0.0500% (±5%)	Other impurities (HC's)	<1 ppm
Nitrogen	0.1000% (±5%)		
Methane	Balance		
Ethane	0.0497% (±5%)		
Ethylene	0.0497% (±5%)		
Carbon Dioxide	0.0500% (±5%)		
Carbon Monoxide	0.0995% (±5%)		
Acetylene	0.0494% (±5%)		
Propane	0.0501% (±5%)		
Methyl Acetylene	0.0501% (±5%)		
n-Butane	0.0501% (±5%)		

Traceability:
This standard was produced gravimetrically following Specialty Gas Work Instruction #15. Balances used are calibrated per POIS 2.140, traceable to NIST. Concentrations were verified on an Agilent model 6890 gas chromatograph, using a Wasson valve switch, Variable Pressure Control and multiple packed/capillary columns.

Standards Used:
Praxair UGS Primary Standard, serial # CC309710

Analytical GC Chromatogram:
Analytical columns: Agilent MS-5A PLOT, U-PLOT
TCD: 1.0 ml loop; He carrier at 35 ml/min; oven temp = 90degC
FID: 0.1 ml loop; He carrier at 30 ml/min; split ratio=25:1; Ramp 75degC for 6 min to 180degC for 3.75 min at 20degC/min

Date of Release: 15 February, 2010
Expiration Date: 15 February, 2012

Analyst: John Goddard
Senior Chemist

Annexe 2 : Méthode d'analyse des biogaz

Tableau 1 Méthode d'analyse des biogaz

Paramètres	CP-Molsieve 5A	CP-PoraPLOT U	CP-Sil 5 CB
Gaz vecteur	Argon	Hélium	Hélium
Température de l'injecteur (°C)	110	110	110
Durée d'injection (ms)	40	40	40
Temps de rétrobalayage (s)	11	14	-
Température de la colonne (°C)	80	80	60
Pression (kPa)	200	150	150
Température de la ligne d'échantillonnage (°C)	110	110	110
Inversion du signal	Oui	Non	Non

Pour plus d'informations sur la méthode, consulter le fichier de méthode PDF fourni sur le CD de l'analyseur.

Le temps de rétrobalayage doit être réglé pour chaque nouvelle colonne CP-Molsieve et CP-PoraPLOT.



© Agilent Technologies, Inc.

Imprimé aux Etats-Unis, février 2012



G3582-93000